

MATERIAŁY WYBUCHOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-67
	Materiały wybuchowe	6091-26
	Oznaczenie temperatury krzepnięcia	Zamiast RN-60/MPCh-1578
		Grupa katalogowa X 79

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest sposób oznaczania temperatury krzepnięcia materiałów wybuchowych.

W dalszej treści normy słowa "materiał wybuchowy" zostały zastąpione skrótem MW.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować do oznaczania temperatury krzepnięcia trotylu, tetrylu, dwinitrobenzenu, dwinitrotoluenu, dwunitronaftalenu oraz mieszanin wybuchowych, w skład których wchodzi ww. MW.

2. SPOSÓB OZNACZANIA

2.1. Zasada oznaczania temperatury krzepnięcia polega na stopniowym oziębieniu stopionej substancji i odczytaniu na termometrze pomiarowym temperatury krzepnięcia badanego MW.

2.2. Przyrządy

a) Przyrząd do oznaczania temperatury krzepnięcia wg rys. 1, napełniony prawie do korka gliceryną lub olejem wazelinowym.

b) Łaźnia do stapiania MW wg rys. 2, napełniona do $\frac{3}{4}$ wysokości gliceryną lub olejem wazelinowym.

Przy masowych oznaczeniach dopuszcza się na stosowanie łaźni umożliwiającej jednoczesne stapianie kilku próbek MW.

c) Termometr pomiarowy z działką elementarną $0,1^{\circ}\text{C}$, ze świadectwem sprawdzenia przez Centralny Urząd Jakości i Miar.

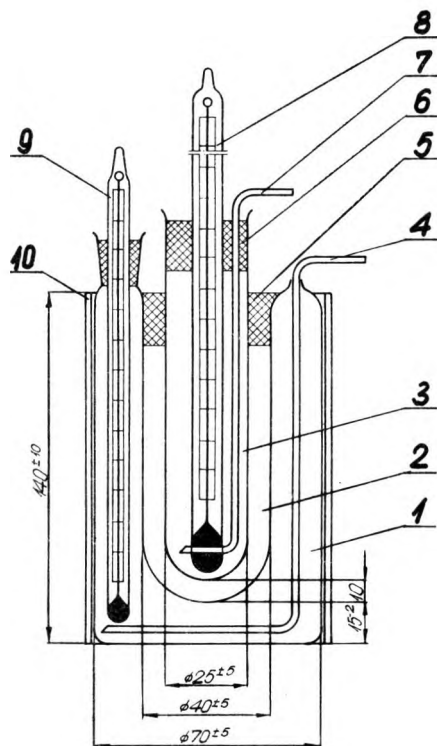
d) Termometr pomocniczy z działką elementarną 1°C do pomiaru temperatury cieczy w łaźni.

e) Mieszadła z drutu aluminiowego lub miedzianego o średnicy $1 \div 1,5$ mm.

f) Osłona tekturowa lub blaszana w kształcie cylindra, zabezpieczająca przed wpływem światła.

g) Probówki szklane o średnicy 20 ± 2 mm i wysokości 150 ± 10 mm.

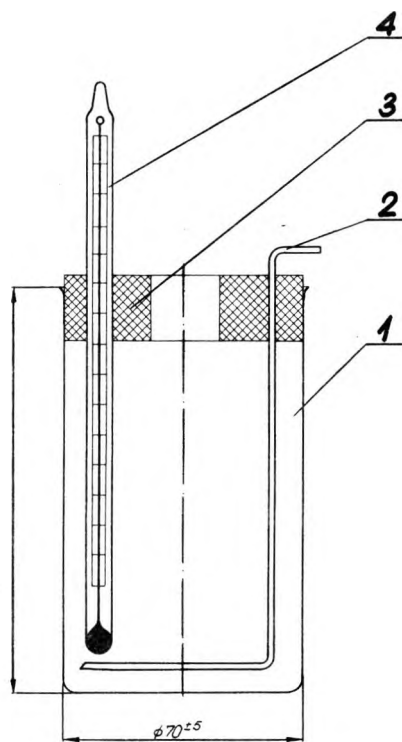
Zjednoczenie Przemysłu Organicznego i Tworzyw Sztucznych „Erg”
Ustanowiona przez Dyrektora ZPOiTS „Erg” dnia 3 sierpnia 1967 r. jako norma obowiązująca
w zakresie metod badań od dnia 1 lipca 1968 r.
(Mon. Pol. nr 71/1967 poz.349)



B091-25-1

Rys. 1. Przyrząd do oznaczania temperatury krzepnięcia

1 - zewnętrzne naczynie szklane, 2 - wewnętrzne naczynie szklane stopione w jedną całość z naczyniem 1, 3 - próbówka do umieszczenia próbki MW, 4 - mieszadło metalowe, 5, 6 - korki, 7 - mieszadło metalowe, 8 - termometr pomiarowy, 9 - termometr pomocniczy, 10 - osłona



B091-25-2

Rys. 2. Łażnia do stapiania MW

1 - zlewka szklana lub metalowa, 2 - mieszadło metalowe, 3 - korek z otworami do termometru, próbówki i mieszadła, 4 - termometr

2.3. Przygotowanie próbki. Odważyć około 30 g MW z dokładnością do 1 g, sproszkować w porcelanowym moździerzu i wysuszyć, zachowując czas i temperaturę podaną w tabelicy.

Badany MW	Temperatura suszenia	Czas suszenia	Temperatura		
			łażni	roztopionego MW	przyrządu do oznaczania temperatury krzepnięcia
	°C	godz	°C		
Tetryl	50÷60	3	135	130	130
Trotyl	55÷60	4	100	90	85
Dwunitrobenzen	60÷70	3	110	100	100
Dwunitrotoluen	60÷70	0,5	75	65	65
Dwunitronaftalen	100	4	170÷180	175	130

Parametry dla mieszanin MW podano w normach przedmiotowych.

Jeżeli w normie przedmiotowej ustalono zawartość wilgoci i substancji lotnych w MW poniżej 0,1%, a wynik oznaczania tych składników jest zgodny z normą, dopuszcza się oznaczanie temperatury krzepnięcia MW z próbek niesuszonych.

W przypadku analiz rozjemczych oznaczanie temperatury krzepnięcia należy wykonać z próbek wysuszonych.

2.4. Wykonanie oznaczania. Próbkę MW przygotowaną wg 2.3 przenieść do probówki 3 (rys. 1), probówkę zamknąć korkiem, w otwory wstawić termometr pomiarowy i mieszadło, po czym umieścić w łaźni ogrzanej do temperatury podanej w tablicy. Po częściowym stopieniu próbki MW opuścić termometr pomiarowy i mieszadło do położenia wskazanego na rys. 2. Probówkę z MW pozostawić w łaźni aż do całkowitego roztopienia się badanej substancji i osiągnięcia temperatury zgodnej z podaną w tablicy.

W czasie topienia MW próbkę należy mieszać. Po osiągnięciu temperatury zgodnej z podaną w tablicy dla badanego MW probówkę z roztopionym MW przenieść do przyrządu do oznaczania temperatury krzepnięcia, ogrzanego uprzednio do temperatury podanej w tablicy. Podczas ogrzewania aparatu wyrównywać temperaturę gliceryny lub oleju wazelinowego za pomocą mieszadła. Podczas stygnięcia aparatu obserwować obniżanie temperatury roztopionego MW, przy czym od momentu spadku temperatury o $0,2 \div 0,3^{\circ}\text{C}$ MW należy energicznie mieszać poruszając mieszadłem dwa razy na sekundę. W przypadku oznaczania temperatury krzepnięcia tetrylu mieszanie powinno być jeszcze intensywniejsze. W czasie mieszania należy zwrócić uwagę, aby zbiorniczek termometru był całkowicie zanurzony w MW i nie dotykał ścianek. Dno probówki powinno się znajdować w odległości $1 \div 1,5$ cm od dna łaźni. Mieszadło należy tak ustawić, aby podczas mieszania nie dotykało termometru. W miarę stygnięcia MW temperatura jego stopniowo opada, a następnie zaczyna się podnosić. W chwili gdy temperatura zaczyna wzrastać należy przerwać mieszanie, mieszadło podnieść i umocować w korku probówki, a cały aparat wstawić do osłony 10 (rys. 1) i w dalszym ciągu obserwować słupek rtęci termometru. Temperatura osiąga maksimum, utrzymuje się przez pewien czas, po czym zaczyna opadać. Za temperaturę krzepnięcia MW przyjąć najwyższe wskazanie termometru w momencie wzrostu temperatury. W przypadku gdy na termometrze pomiarowym użytym do oznaczania obserwowany punkt odpowiadający temperaturze krzepnięcia znajduje się o 2°C lub więcej powyżej górnego ścieżka korka probówki, do odczytanej temperatury należy wprowadzić poprawkę Δt na wystający słupek rtęci termometru. Poprawkę należy obliczyć w $^{\circ}\text{C}$ wg wzoru

$$\Delta t = 0,00016 \cdot h(t_1 - t_2)$$

w którym:

h - wysokość słupka rtęci wystającego nad korkiem, wyrażona w stopniach skali termometru,

t_1 - odczytana temperatura krzepnięcia, $^{\circ}\text{C}$,

t_2 - temperatura otaczającego powietrza w pobliżu środka słupka rtęci wystającego nad korkiem, zmierzona drugim termometrem, $^{\circ}\text{C}$,

0,00016 - współczynnik pozornej rozszerzalności rtęci w szkle.

Obliczoną poprawkę należy dodać do wskazań termometru pomiarowego.

2.5. Wynik. Za temperaturę krzepnięcia MW należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, których różnica nie przekracza $0,1^{\circ}\text{C}$.

K O N I E C